

## Produksi *Zinc Nanoparticle* melalui Reduksi Alkoholik dengan Metode *In-Liquid Plasma*

Novriany Amaliyah<sup>\*</sup>, Shinfuku Nomura<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Hasanuddin, Kampus Teknik Gowa, Jl. Poros Malino Km. 6 Bontomarannu, Gowa, Sulawesi Selatan, Indonesia

<sup>2</sup>Graduate School of Science and Engineering, Ehime University, 3-Bunkyo Cho, Matsuyama, Ehime Prefecture, Japan

\*amaliyah\_nophie@yahoo.com

### Abstrak

Zinc nanoparticle applied in the production of zinc–air batteries provide the highest specific energy among the various practical metals–air combinations used in batteries. Recent technical advances are increasingly overcome problems experienced during the early development of this type of battery. For example, there is a major limitation to recharging cycles due to the massive formation of zinc oxide. In the present work, a reduction process using alcohol solvent while applying microwave plasma in-liquid is studied. Occurrence of reduction process is confirmed to occur in the temperature range of 1500 to 2000 K. Characterization of the synthesized nanoparticles was carried out by energy-dispersive X-ray spectrometry and transmission electron microscope.

**Kata kunci :** *zinc, nanoparticle, plasma, in-liquid, microwave*

### Pendahuluan

Pemanfaatan material dalam ukuran nano banyak digunakan pada system *energy storage* seperti baterai[1]. Umumnya baterai yang digunakan pada electric vehicle menggunakan Lithium, Aluminium, Iron, dan Zinc. Diantara beberapa jenis metal tersebut, zinc memiliki kelebihan antara lain energy densitas yang tinggi, ketersediaan, dan juga ramah lingkungan[2]. Namun dalam aplikasinya, kombinasi energi densitas yang tinggi dengan metal anode dapat menghasilkan zinc oxide dalam jumlah yang besar sehingga memerlukan suatu proses daur ulang agar zinc nanoparticle dapat dimanfaatkan kembali.

Alkohol telah banyak digunakan sebagai reduktan pada berbagai jenis produksi metal nanopartikel antara lain Platinum, Silver, Graphene, Titania dan Copper Oxide [3-7].

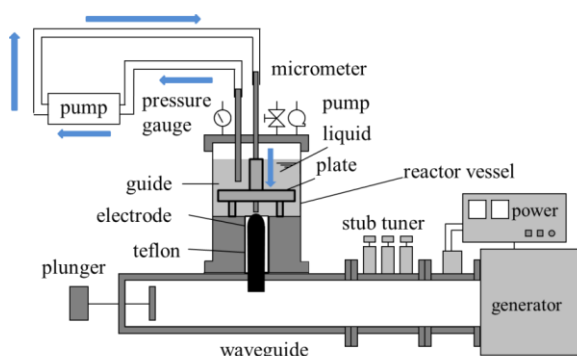
Untuk merubah zinc menjadi zinc oxide telah banyak diteliti dengan menggunakan metode oksidasi [8-10], namun penelitian tentang reduksi zinc oxide menjadi zinc dalam ukuran nanoparticle masih sangat terbatas.

Metode *In-liquid plasma* telah dapat menghasilkan zinc maupun zinc oxide nanoparticle dengan menggunakan kawat

zinc[11] dan zinc powder[12]. Nanopartikel yang dihasilkan akan terdispersi di dalam liquid sehingga dengan menguapkan cairan maka nanopartikel dapat dengan mudah dikumpulkan. Selain itu, karena reaksinya yang terpisah dari udara sehingga terhindar dari re-oksidasi. Pada penelitian ini akan digunakan reduksi alkoholik untuk mereduksi zinc oxide menjadi zinc nanoparticle dengan menggunakan microwave generator sebagai sumber daya dalam mengaplikasikan plasma dalam cairan.

### Metode

Untuk menghasilkan plasma dalam cairan alkohol digunakan microwave generator 2.45 GHz dengan daya masukan 400 Watt hingga plasma terbentuk dengan stabil. Tabung reaktor terbuat dari polycarbonate dengan diameter dalam 55 mm dan diameter luar 60 mm. Elektrodanya tersusun dari batang tembaga berdiameter 5 mm, dielectric Teflon dan konduktor tembaga yang disusun tegak lurus pada bagian bawah reactor. Koaksial elektroda yang terbuat dari kuningan berongga diletakkan sejauh 2 mm dari ujung elektroda.



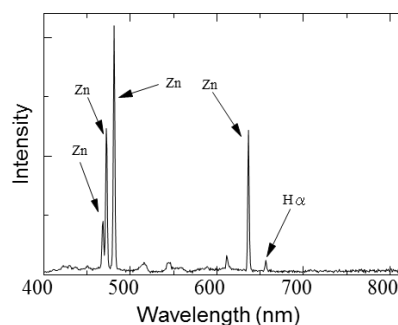
Gambar 1. Skema instalasi

Bubuk zinc oxide sebanyak 0.3 gram akan dilarutkan dalam 120 ml alkohol dengan menggunakan alat ultrasonik sampai semua bubuk larut dengan sempurna. Zinc oxide nanopartikel berukuran 50 sampai 200 nm berbentuk campuran antara rektangular dan heksagonal diamati dengan menggunakan transmission electron microscope (TEM, 200 KV, JEOL, JEM-2100).

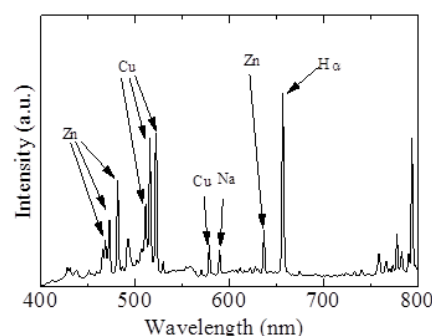
Selanjutnya larutan dimasukkan ke reaktor kemudian tekanan dalam reaktor diatur pada 30 kPa menggunakan aspirator. Cairan kemudian akan bersirkulasi dari dalam reaktor dan masuk kembali melalui counter elektroda. Penggunaan plat dimaksudkan untuk memaksimalkan reaksi antara plasma dengan larutan.

Plasma diamati terbentuk di antara elektroda dan koaksial elektroda setelah beberapa menit microwave generator dijalankan. Saat menggunakan etanol, emisi plasma terlihat berwarna ungu dengan observasi mata langsung, sedangkan pada metanol, selain warna ungu juga terlihat emisi campuran warna biru dan putih. Setelah 10 menit iradiasi plasma, pengukuran spektrum emisi dilakukan dengan menggunakan PMA-11 C7473 Hamamatsu.

Karakteristik zinc terlihat pada gambar 2(a) untuk etanol dan (b) untuk metanol.



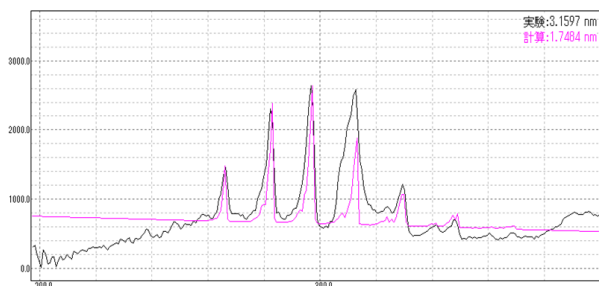
Gambar 2(a). Spektrum emisi plasma pada etanol



Gambar 2(b) Spektrum emisi plasma pada methanol

Perhitungan chemical potential dari etanol dan methanol dapat memprediksi reduksi dari zinc oxide berdasarkan ekuilibrium kimiawinya. Dengan menggunakan data dari JANAF Thermodynamical Tables, komposisi thermal equilibrium dari produk yang dihasilkan saat zinc oxide bereaksi dengan etanol dan methanol dapat diprediksi bahwa reduksi akan terjadi pada range temperature 1500 sampai 2000 K.

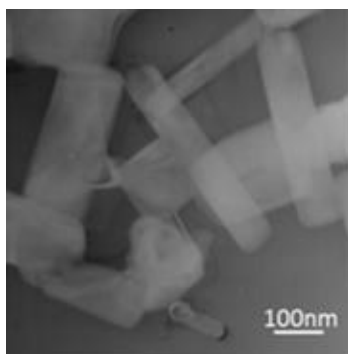
Spektrum simulasi dilakukan untuk menghitung garis spectrum pada berbagai variasi temperatur kemudian dibandingkan dengan spectrum yang didapatkan dari hasil eksperimen. Terdapat kesesuaian spektrum pada temperature 1600 K.



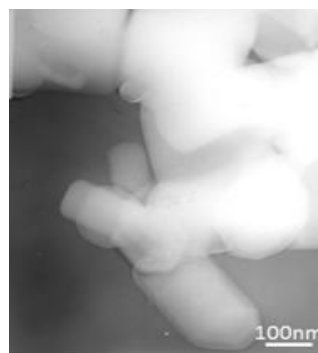
Gambar 3. Perbandingan spectrum eksperimental dengan spectrum simulasi pada 1600 K

Serbuk yang dihasilkan setelah larutan alkohol di iradiasi dengan plasma kemudian dianalisa menggunakan Energy dispersive x-ray spectrometry (EDS). Rasio massa oksigen terhadap zinc mengalami penurunan dari 24% sebelum iradiasi plasma menjadi 6% pada etanol dan 0.46% pada methanol setelah iradiasi plasma.

Hasil pengamatan dengan transmission electron microscope (TEM) setelah iradiasi plasma terlihat pada gambar 4(a) dan (b). Hasil TEM menunjukkan rectangular zinc nanoparticle terbentuk dengan ukuran 100 nm baik pada etanol maupun methanol. Namun terlihat adanya agregasi partikel pada methanol.



Gambar 4(a) TEM dari nanoparticle pada etanol setelah iradiasi plasma



Gambar 4(b) TEM dari nanoparticle pada metanol setelah iradiasi plasma

Metode *In-Liquid plasma* dapat menghasilkan temperatur tinggi sehingga kombinasi alkohol dan panas yang efisien akan membantu terjadinya proses reduksi.

### Kesimpulan

Zinc nanopartikel dapat diproduksi dari zinc oksida dengan reaksi larutan alkohol dan plasma menggunakan microwave generator. Reduksi terjadi pada range temperature 1500 sampai 2000 K. Perubahan bentuk nanopartikel tidak terjadi setelah iradiasi plasma namun rasio massa oksigen terhadap zinc mengalami penurunan dari 24% menjadi 6% pada etanol dan 0.46% pada methanol. Penelitian lebih lanjut akan dilakukan untuk memaksimalkan reduksi oksigen pada zinc oxide dan mengatasi agglomerasi partikel yang terbentuk.

### Referensi

- [1] V. Caramia and B. Bozzini, "Materials science aspects of zinc-air batteries: a review," *Materials for Renewable and Sustainable Energy*, vol. 3, no. 2, p. 28, Apr. 2014.
- [2] Y.-H. Wen, J. Cheng, S.-Q. Ning, and Y.-S. Yang, *J. of Power Sourc.* **188**, 301 (2009).
- [3] L. Obreja, N. Foca, M. . Popa, and V. Melnig, "Alcoholic Reduction Platinum Nanoparticles Synthesis by Sonochemical Method," *Biomaterials in Biophysics, Medical Physic and Ecology*, no. 11, 2008.

- [4] H. Hah, S. M. Koo, and S. H. Lee, "Preparation of Silver Nanoparticles through Alcohol Reduction with Organoalkoxysilanes," pp. 467–471, 2003.
- [5] C. Gong, M. Acik, R. M. Abolfath, Y. Chabal, and K. Cho, "Graphitization of Graphene Oxide with Ethanol during Thermal Reduction," *The journal of Physical Chemistry C*, vol. 116, no. 18, pp. 9969–9979, 2012.
- [6] Liang, C. Cui, H. Hu, Y. Wang, S. Xu, B. Ying, P. Li, B. Lu, and H. Shen, "One-step hydrothermal synthesis of anatase TiO<sub>2</sub>/reduced graphene oxide nanocomposites with enhanced photocatalytic activity," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 582, pp. 236–240, Jan. 2014.
- [7] T. Nakamura, Y. Tsukahara, T. Sakata, H. Mori, Y. Kanbe, H. Bessho, and Y. Wada, "Preparation of Monodispersed Cu Nanoparticles by Microwave-Assisted Alcohol Reduction," *Bulletin of the Chemical Society of Japan*, vol. 80, no. 1, pp. 224–232, 2007.
- [8] A.N. Hattori, M. Ichimiya, M. Ashida, and H. Tanaka, *Appl. Phys. Express* **5**, 125203 (2012).
- [9] H. Fujisawa, R. Kuri, M. Shimizu, Y. Kotaka, and K. Honda, *Appl. Phys. Express* **2**, 055003 (2009).
- [10] M. Kawakami, A.B. Hartanto, Y. Nakata, and T. Okada, *Jpn J. Appl. Phys.* **42**, L33 (2003).
- [11] Y. Hattori, S. Mukasa, H. Toyota, T. Inoue, and S. Nomura, "Synthesis of zinc and zinc oxide nanoparticles from zinc electrode using plasma in liquid," *Materials Letters*, vol. 65, no. 2, pp. 188–190, Jan. 2011.
- [12] N. Amaliyah, S. Mukasa, S. Nomura, and H. Toyota, "Plasma In-liquid Method for Reduction of Zinc Oxide in Zinc Nanoparticle Synthesis," *Material Research Express*, vol. 2, no. 2, 2015.